

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 59-228930

(43)Date of publication of application : 22.12.1984

(51)Int.Cl.

B01J 13/02

(21)Application number : 58-104178

(71)Applicant : IKUTOKU GAKUEN

(22)Date of filing : 13.06.1983

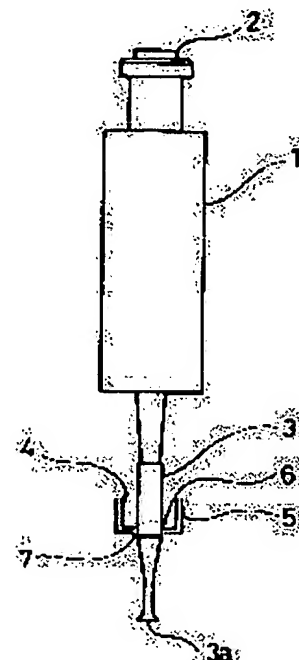
(72)Inventor : MOCHIDA TAKASHI

## (54) PREPARATION OF LIQUID DROP FOR MICROCAPSULE

### (57)Abstract:

**PURPOSE:** To make uniform the particle size of liquid drops for microcapsules with high efficiency by flowing a shell substance and a core substance for microcapsule downward along the external surface of an ultrasonic wave horn and atomizing said substances at the bottom surface of the horn.

**CONSTITUTION:** An ultrasonic wave horn 3 is designed to vibrate only upward and downward, and a core substance tank 4 is provided to above a shell substance tank 5 at the middle part of the horn with the bottom of each tank penetrated by the horn 3. Downflow slits 6, 7 are provided respectively to the penetrating part with adjusted clearances between the inside peripheral edge of the penetrating hole at the bottom of each tank 4, 5 and the external surface of the horn 3, and the vertical distance between the core substance tank 4 and the shell substance tank 5 is also set specifically. When both substances are flowed down along the external surface of the horn 3 and reach the bottom end 3a of the horn 3, both are atomized by the vibration caused by the ultrasonic wave.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

⑬ 日本国特許庁 (JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭59—228930

⑤ Int. Cl.<sup>2</sup>  
B 01 J 13/02

識別記号

庁内整理番号  
8317—4G

⑬ 公開 昭和59年(1984)12月22日

発明の数 1  
審査請求 未請求

(全 4 頁)

⑭ マイクロカプセル液滴を製造する方法

東京都豊島区千川町1丁目8番地

⑯ 特 願 昭58—104178  
⑰ 出 願 昭58(1983)6月13日  
⑱ 発 明 者 持田隆

⑲ 出 願 人 学校法人幾徳学園  
厚木市下萩野1030  
⑳ 代 理 人 弁理士 野間忠夫 外1名

明 細 書

1. 発明の名称

マイクロカプセル液滴を製造する方法

2. 特許請求の範囲

- 1 超音波ホーンの外面に沿ってマイクロカプセル用の心物質を、更に該心物質の外面に壁膜物質をそれぞれ流下せしめて該超音波ホーンの下面に上記2物質を濡れ膜状態に供給し、該超音波ホーンに上下方向の超音波振動を与えることによつて該超音波ホーンの下面に位置する上記2物質を微粒子状に噴霧させることにより上記心物質が壁膜物質により被覆されたマイクロカプセル液滴を製造する方法。
- 2 壁膜物質として硬化液で硬化する物質を使用する特許請求の範囲第1項に記載のマイクロカプセル液滴を製造する方法。
- 3 壁膜物質として噴霧乾燥性の物質を使用する特許請求の範囲第1項に記載のマイクロカプセル液滴を製造する方法。

3. 発明の詳細な説明

本発明はマイクロカプセルの壁膜物質と心物質とを超音波ホーンの外面を流下させてその下面で噴霧させることにより簡単に効率良く粒径の均一なマイクロカプセル液滴を製造する方法に関するものである。

微粒子をマイクロカプセル化して得られるマイクロカプセルは例えば液晶表示装置、感圧型接着剤、感圧複写紙等種々を分野に広く用いられている。このようなマイクロカプセル化を超音波を利用して行なう方法すなわち心物質から成る噴霧液を超音波により噴霧する超音波噴霧方法としては従来種々な方法が知られており、他の噴霧方法、例えば回転円板式噴霧方法、圧力ノズル式噴霧方法、二流体ノズル式噴霧方法等と比べて噴霧液滴径が均一である利点はあつた。しかしながら従来の超音波噴霧方法ではホーンの中心線上に穿つた毛細管に噴霧液を供給するか、またはホーンの先端に細い管から噴霧液を供給するため、噴霧液の処理効率が低く工業的実施が困難な欠点があつた。

本発明者は上記従来技術の如き欠点なく簡単に小さな出力で能率良くマイクロカプセル液滴を製造する方法の提供を目的に研究した結果、心物質と壁膜物質とから成る噴霧液を同時に超音波ホーンの外面を流下せしめて下面に至つて噴霧せしめることにより目的を達成することができることを究明して本発明を完成した。

すなわち本発明は、超音波ホーンの外面に沿つてマイクロカプセル用の心物質を、更に該心物質の外面に壁膜物質をそれぞれ流下せしめて該超音波ホーンの下面に上記2物質を濡れ膜状態に供給し、該超音波ホーンに上下方向の超音波振動を与えることによつて該超音波ホーンの下面に位置する上記2物質を微粒子状に噴霧させることにより上記心物質が壁膜物質により被覆されたマイクロカプセル液滴を製造する方法に関するものである。

以下、本発明方法を図により詳細に説明する。

図は本発明方法の実施に好適な製造装置例の説明図である。本発明方法においては、マイクロカプセル用の心物質と壁膜物質とを超音波ホーンの外

面に沿つて流下させ、超音波ホーンの下面に上記2物質を濡れ膜状態に供給する。このとき、次に行なわれる噴霧化において心物質を心部に壁膜物質を外部に容易に構成されるように、心物質を超音波ホーンの外面に流下せしめ、その心物質の外面に壁膜物質を流下させ、超音波ホーンの下面に至つてそこから超音波振動により噴霧させるのである。このように2物質を流下せしめ、噴霧させる好ましい具体的方法の1例を図により説明する。図に例示されている超音波発振機本体1は入力コネクター2より振動子入力電力を受け入れ、超音波発振機本体1に内蔵されている超音波発振子を駆動される。この発振子に固着された振動系内を超音波が伝播する間に振幅が拡大され、末端の超音波ホーン3で振幅は最大となる。この超音波ホーン3は上下方向にのみ振動をするように設計されており、横振動は顕微鏡観察によつてもほとんど認められないものである。超音波ホーン3の中央部には上方に心物質槽4が、また下方に壁膜物質槽5がそれぞれの底部を超音波ホーン3で貫通

された状態に設けられており、この貫通部では各槽4, 5の各底部の貫通孔内周縁と超音波ホーン3の外面との間に調整された僅かな間隙の流下口6, 7がそれぞれ設けられていると共に、心物質槽4と壁膜物質槽5との上下間距離も短く設定されている。このような超音波装置を使用し、心物質を心物質槽4に、壁膜物質を壁膜物質槽5にそれぞれ供給すれば、心物質は流下口6から流出して超音波ホーン3の外面に沿つて流下口7をも通り抜けて濡れ膜状に流下し、壁膜物質は流下口7から流出して流下中の心物質の外面に沿つて更に流下する。このようにして心物質と壁膜物質とを超音波ホーン3の外面に沿つて流下せしめその下面3aに至らしめる。

本発明方法では上記の如く2物質を超音波ホーン3の外面を流下させながら、超音波発振子を駆動させてその超音波ホーン3に超音波振動を与えるのである。本発明方法においては超音波振動の周波数を限定するものではないが、使用する超音波ホーン3の末端で振幅が最大となる周波数を予備

テストにより選択することが好ましい。前記したように超音波ホーン3は上下振動のみをするように設計されているから、心物質と壁膜物質とは超音波ホーン3の外面を濡れ膜状に流下している間は噴霧化されず、超音波ホーン3の下面3aに達したときに、上下方向の超音波振動により噴霧される。このようにして生成した噴霧液滴は超音波ホーン3の下面3aから飛翔して次工程に移され、例えば超音波ホーン3の下方に設置された硬化液槽8に落下する。この噴霧液滴が飛翔するときの広がりや回転円板式噴霧方法等の他の噴霧方法に比べて非常に小さいことが判り、例えば、水を0.1, 0.17, 0.3, 0.5及び0.8 L/分で流したとき、噴霧液滴の水平方向の最大飛翔距離はそれぞれ167, 211, 278, 415, 及び543mmであつた。従つて製造スペースを狭くすることができる利点がある。又超音波ホーン3の外面に心物質と壁膜物質とを濡れ膜状態に供給することにより小さな出力でこれら噴霧液の処理能率を非常に増大させることができ、例えば周波数25.7 KHz, 出

力150Wの標準的な超音波発振子によつて超音波振動を与えられる超音波ホーン3によれば、1時間当り噴霧液約50Lの処理が可能である。心物質の流下量に対する壁膜物質の流下量の比をそれぞれの物質の濃度、物性に依じて変化する適切な範囲に調節することにより、超音波ホーン3の下面で噴霧された液滴は心物質を心部とし壁膜物質を壁膜とする構成を成しており、かくして本発明方法による心物質が壁膜物質により被覆されたマイクロカプセル液滴の製造は終了し、更に以後の工程を経てマイクロカプセルが得られる。

本発明方法において壁膜物質としては、例えばアルギン酸ソーダの如き硬化液で硬化する物質や、例えば溶剤可溶性ポリマー、アラビヤゴムの如き噴霧飛翔中に乾燥する噴霧乾燥法の物質を使用することができる。

本発明方法により製造されたマイクロカプセル液滴をマイクロカプセルとするには、使用した壁膜物質の種類により液中硬化法、噴霧乾燥法等適切な方法を適用して硬化させれば良い。例えば壁膜

物質として硬化液で硬化する物質を使用して図に示す液中硬化法による場合には、超音波ホーン3の下面3aから飛翔するマイクロカプセル液滴を硬化液槽8に落下せしめ、壁膜物質を硬化液と反応させて硬化させる。この場合、硬化液が静止状態にあると、マイクロカプセル同士が界面で付着した製品となる恐れがあるので、硬化液はポンプで循環させ流動させながら硬化液槽8からオーバーフローさせ、オーバーフローした硬化液は金網等でマイクロカプセルを分離し、更にドラベル或はシャープレス等の遠心沈降分離機で精製し循環させることが好ましい。また、壁膜物質として噴霧乾燥性の物質を使用するときは、必要に応じ予め壁膜物質に乾燥助剤を添加しておき、噴霧乾燥法により乾燥硬化せしめれば良い。

以下、実施例により本発明方法を更に説明する。

#### 実施例1

図に示す製造装置を使用し、心物質としてオリブ油を0.03L/分から0.3L/分の範囲で流量を変えて心物質槽4に注入して超音波ホーン3の

外面を流下せしめ、壁膜物質としてアルギン酸ナトリウムの0.5%水溶液を0.3L/分の一定割合で壁膜物質槽5に注入して流下中のオリブ油の外面に更に流下せしめながら出力150W、周波数25.7KHzの超音波振動を超音波ホーン3に与えて、超音波ホーン3の下面3aから飛翔する噴霧液滴を得た。

得られた液滴を10%の塩化カルシウム水溶液が硬化液として循環している硬化液槽8中に落下せしめてマイクロカプセル化を実施したところ、オリブ油の流下量が0.03~0.21L/分の場合にはマイクロカプセル液滴の構成は完全で良好なマイクロカプセルが得られたが、0.24L/分以上の場合では硬化液の表面にオリブ油が浮び、マイクロカプセル液滴の構成は不完全であつた。完全なマイクロカプセルの直径のバラツキは、例えばオリブ油の流下量が0.15L/分のとき、最小粒径10 $\mu$ m、最大粒径210 $\mu$ mで、個数分布は20 $\mu$ mから100 $\mu$ mの間に91%と集中していた。

#### 実施例2

壁膜物質として1%のアルギン酸ナトリウムを使用した以外は実施例1と同じ条件で噴霧液滴を得、マイクロカプセル化を実施したところ、実施例1と同様な結果を得た。

#### 実施例3

壁膜物質として1.5%のアルギン酸ナトリウムを使用した以外は実施例1と同じ条件で噴霧液滴を得、マイクロカプセル化を実施したところ、オリブ油の流下量が0.03~0.12L/分の場合にはマイクロカプセル液滴の構成は完全で良好なマイクロカプセルが得られたが、0.15L/分以上ではマイクロカプセル液滴の構成は不完全であつた。

以上、本発明方法によれば、心物質を超音波ホーンの外面に、更にその上に壁膜物質をそれぞれ流下せしめて超音波ホーンの下面から噴霧せしめることにより、簡単に小さな出力で効率良く粒径の均一なマイクロカプセル液滴を製造することができ、マイクロカプセルの品質向上、コスト低減により種々な用途における使用量の拡大を図ること

とができる。

4. 図面の簡単な説明

図は本発明方法の実施に好適な製造装置例の説明図である。

- 1・・・超音波発振機本体
- 2・・・入力コネクター
- 3・・・ホーン
- 3a・・・下面
- 4・・・心物質槽
- 5・・・壁膜物質槽
- 6・・・流下口
- 7・・・流下口
- 8・・・硬化液槽

特許出願人 学校法人 最徳学園  
 代理人 弁理士 野間 忠 夫  
 弁理士 野間 忠 夫

